

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-032306

(43)Date of publication of application : 19.02.1985

(51)Int.Cl.

H01F 1/04
G22C 38/00

(21)Application number : 58-140590

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO
LTD

(22)Date of filing : 02.08.1983

(72)Inventor : FUJIMURA SETSUO
SAGAWA MASATO
MATSUURA YUTAKA
YAMAMOTO HITOSHI
TOGAWA MASAO

(54) PERMANENT MAGNET

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a remarkable improvement on an iH_c while maintaining a high $(BH)_{max}$ in FeBr and FeBRM by a method wherein one or more kinds of Dy, Tb, Gd, Ho, Er, Tm and Yb are contained as R1, wherein heavy rare earth constitutes as a main ingredient as a part of R, in FeBR and FeBRM magnet consisting mainly of light rare-earth such as Nd and Pr as R.

CONSTITUTION: When the sum of rare-earth element R1 and light rare-earth element R2 is worked out as R in FeBR, a magnetic anisotropic sintered permanent magnet consisting in atomic percentage of 0.05W5% R1, 12.5W20% R, 4W20% B, and the remainder Fe. However, one or more kinds of Dy, Tb, Gd, Go, Er, Tm and Yb are to be included in R1, the total of Nd and Pr is to be 80% or more in R2, and the remainder is to be consisted of one or more kinds of rare-earth element containing Y other than R1. Also, when the sum of R1 and R2 is worked out as R in FeBRM, a magnetic anisotropic sintered magnet, consisting in atomic percentage of 0.05W5% in R1, 12.5W20% in R, 4W20% in B, one or more kinds of added elements M below the prescribed percentage (however, when two or more kinds of added element are contained, M total quantity is less than the atomic percentage of the added element having maximum value) and the remainder of Fe, is used. However, R1 and R2 are the same as above.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平5-10806

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成5年(1993)2月10日

H 01 F 1/053
C 22 C 38/00

3 0 3 D

7325-4K
7371-5E

H 01 F 1/04

H

発明の数 2 (全13頁)

⑮ 発明の名称 永久磁石

⑯ 特 願 昭58-140590

⑰ 公 開 昭60-32306

⑱ 出 願 昭58(1983)8月2日

⑲ 昭60(1985)2月19日

⑳ 発 明 者 藤 村 節 夫 大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

㉑ 発 明 者 佐 川 眞 人 大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

㉒ 発 明 者 松 浦 裕 大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

㉓ 発 明 者 山 本 日 登 志 大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

㉔ 発 明 者 戸 川 雅 夫 大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

㉕ 出 願 人 住友特殊金属株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目22番地

㉖ 代 理 人 弁理士 加藤 朝道

㉗ 審 査 官 平 塚 義 三

㉘ 参 考 文 献 特開 昭57-141901 (JP, A) 特開 昭60-9852 (JP, A)
特開 昭59-211549 (JP, A) 特開 昭59-64739 (JP, A)

1

2

⑳ 特許請求の範囲

1. 下記R₁と下記R₂の和をR(希土類元素)としたとき、原子百分比でR₁0.05~5%、R₁2.5~20%、B4~20%、残部Feから成る磁気異方性焼結永久磁石;

但し、R₁はDy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、Ybの内一種以上、R₂はNdとPrの一種以上、又はNdとPrの合計が80%以上で残りがR₁以外のYを包含する希土類元素の少なくとも一種。

2. 下記R₁と下記R₂の和をR(希土類元素)としたとき、原子百分比でR₁0.05~5%、R₁2.5~20%、B4~20%、下記の所定%以下の添加元素Mの一種以上(但し、Mとして二種以上の前記添加元素を含む場合は、M含量は当該添加元素のうち最大値を有するものの原子百分比以下)、及び残部Feから成る磁気異方性焼結永久磁石;

但し、R₁は、Dy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、

Ybの内一種以上、R₂はNdとPrの一種以上、又はNdとPrの合計が80%以上で残りがR₁以外のYを包含する希土類元素の少なくとも一種であり、添加元素Mは下記の通り:

5	Ti	3%	Zr	3.3%
	Hf	3.3%	Cr	4.5%
	Mn	5%	Ni	6%
	Ta	7%	Ge	3.5%
	Sn	1.5%	Sb	1%
10	Bi	5%	Mo	5.2%
	Nb	9%	Al	5%
	V	5.5%	W	5%

㉑ 発明の詳細な説明

本発明は高価で資源稀少なコバルトを全く使用しない、希土類・鉄系高性能永久磁石材料に関する。

永久磁石材料は一般家庭の各種電気製品から、

3

自動車や通信器部品、大型コンピュータの周辺端末機まで、幅広い分野で使われるきわめて重要な電気・電子材料の一つである。近年の電気、電子機器の高性能化・小型化の要求にともない、永久磁石材料もまた性能化が求められている。

現在の代表的な永久磁石材料はアルニコ、ハードフェライト、および希土類コバルト磁石である。最近のコバルトの原料事情の不安定化にともない、コバルトを20~30重量%含むアルニコ磁石の需要は減り、鉄の酸化物を主成分とする安価なハードフェライトが磁石材料の主流を占めるようになった。一方希土類コバルト磁石は最大エネルギー積20MGOe以上を有する高性能磁石であるが、コバルト50~65重量%も含むうえ、希土類磁石中にあまり含まれていないSmを使用するため大変高価である。しかし、他の磁石に比べて、磁気特性が格段に高いため、主として小型で、付加価値の高い磁気回路に多く使われるようになった。

希土類コバルト磁石のような高性能磁石がもつと広い分野で安価に、かつ多量に使われるようになるためには高価なコバルトを含まず、かつ希土類金属として磁石中に多量に含まれているネオジムやプラセオジウムのような軽希土類を中心成分とすることが必要である。

このような希土類コバルト磁石に代る永久磁石材料の試みは、まず希土類・鉄二元系化合物についてなされた。

希土類・鉄系化合物は希土類コバルト系化合物と比べて存在する化合物の種類が少なく、また一般的にキュリー点も低い。そのため、希土類コバルト化合物の磁石化に用いられている鋳造法や粉末冶金的手法では、希土類鉄系化合物においては、従来いかなる方法も成功していない。

クラーク (A.E.Clark) はスパッタしたアモルファス $TbFe_2$ が42°Kで30kOeの高い保磁力 (Hc) を有することを見出し、300~350°Cで熱処理することによって、室温で $Hc=3.4kOe$ 、最大エネルギー積 $((BH)_{max})=7MGOe$ を示すことを見出した (Appl.Phys.Lett.23(11)、1973、642-645)。

クロート (J.J.Croat) 等はNd、Prの軽希土類元素を用いたNdFe及びPrFeの超急冷リボンが $Hc=7.5kOe$ を示すことを報告している。しか

4

し、Brは5kG以下で $(BH)_{max}$ は3~4MGOeを示すにすぎない (Appl.Phys.Lett.37、1980、1096、J.Appl.Phys.53、(3) 1982、2402~2406)

このように、予め作成したアモルファスを熱処理する方法と超急冷法の二つが、希土類・鉄系磁石を得る最も有望な手段として知られていた。

しかし、これらの方法で得られる材料はいずれも薄膜又は薄帯であり、スピーカやモータなどの一般の磁気回路に用いられる磁石材料ではない。

さらに、クーン (N.C.Koon) 等はLaを加えることによって重希土類元素を含有したFeB系合金の超急冷リボンを得て、 $(Fe_{0.82}B_{0.18})_{0.9}Tb_{0.05}La_{0.05}$ の組成のリボンを熱処理することにより、 $Hc=9kOe$ に達することを見出した (Br=5kG、Appl. Phys. Lett.39(10)、1981、840-842)。

カバコフ (L.Kabacoff) 等はFeB系合金でアモルファス化が容易になることに注目し、 $(Fe_{0.8}B_{0.2})_{1-x}Pr_x$ ($X=0\sim0.3$ 原子比) の組成の超急冷リボンを作成したが、室温でのHcは数Oeのレベルのものしか得られなかった (J.Appl.Phys.53 (3) 1982、2255~2257)。

これらのスパッタリングによるアモルファス薄膜及び超急冷リボンから得られる磁石は、薄く、寸法的は制約を受け、それ自体として一般の磁気回路に使用可能な実用永久磁石ではない。即ち、従来のフェライトや希土類コバルト磁石のような任意の形状・寸法を有するバルク永久磁石体を得ることができない。また、スパッタ薄膜及び超急冷リボンはいずれも本質上等方性であり、室温での磁気特性は低く、これらから高性能の磁気異方性永久磁石を得ることは、事実上不可能である。

最近、永久磁石はますます過酷な環境—たとえば、磁石の薄型化にともなう強い反磁界、コイルや他の磁石によって加えられる強い逆磁界、これらに加えて機器の高速化、高負荷化により高温環境—にさらされることが多くなり、多くの用途において、特性安定化のために、一層の高保磁力化が必要とされる。(一般に永久磁石のiHcは温度上昇にともない低下する。そのため室温におけるiHcが小さければ、永久磁石が高温に露されると減磁が起こる。しかし、室温におけるiHcが十分高ければ実質的にこのような減磁は起こらない。)

フェライトや希土類コバルト磁石では、高保磁力化を図るため、添加元素や異なる組成系を利用しているが、その場合一般に飽和磁化が低下し、(BH) maxも低い。

本発明はかかる従来法の欠点を解消した新規な永久磁石ないし磁性材料を提供することを基本的目的とする。

かかる観点より、本発明者等は先にR-Fe二元系をベースとして、キュリー点が高く、且つ室温付近で安定な化合物磁石を作ること为目标とし、多数の系を探った結果、特にFeBR系化合物及びFeBRM系化合物が磁石化に最適であることを見出した(特願昭57-145072、特願昭57-200204)。

ここでRとはYを包含する希土類元素の内、少なくとも一種以上を示し、特にNd、Prの軽希土類元素が望ましい。Bはホウ素を示す。MはTi、Zr、Hf、Cr、Mn、Ni、Ta、Ge、Sn、Sb、Bi、Mo、Nb、Al、V、Wの内から選ばれた一種以上を示す。

このFeBR系磁石は実用に十分な300°C以上のキュリー点を有し、且つ、R-Fe二元系では従来成功していなかったフェライトや希土類コバルトと同じ粉末冶金的手法によつて得られる。

またRとしてNdやPrなどの資源的に豊富な軽希土類元素を中心組成とし、高価なCoやSmを必ずしも含有せず、従来の希土類コバルト磁石の最高特性((BH) max=31MGOe)をも大幅に越える(BH) max40MGOe以上もの特性を有する。

さらに、本発明者らはこれらFeBR系、FeBRM系化合物磁石が従来のアモルファス薄膜や超急冷リボンとはまったく異なる結晶性のX線回折パターンを示し、新規な正方晶系結晶構造を主相として有することを見出した(特願昭58-94876)。

本発明はさらに、前述のFeBR及びFeBRM系磁石において得られる同等又はそれ以上の最大エネルギー積(BH) maxを保有したまま*iHc*を向上せしめることを具体的目的とする。

本発明によれば、RとしてNdやPrなどの軽希土類を中心としたFeBR及びFeBRM系磁石に、Rの一部として重希土類を中心としたR₁としてDy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、Ybの少なくとも

一種を含有することによつて、FBR系、FBRM系において高い(BH) maxを保有したまま*iHc*を飛躍的に向上せしめた。

即ち、本発明による永久磁石は次の通りである。

FeBR系において、下記希土類元素R₁と軽希土類元素R₂の和をRとしたとき、原子百分比でR₁0.05~5%、R₁₂5~20%、B4~20%、残部Feより成る磁気異方性焼結永久磁石；

但し、R₁はDy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、Ybの内一種以上、R₂はNdとPrの一種以上、又はNdとPrの合計が80%以上で、残りがR₁以外のYを包含する希土類元素の少くとも一種。

FeBRM系において下記R₁とR₂の和をRとしたとき、原子百分比でR₁0.05~5%、R₁₂5~20%、B4~20%、下記の所定%以下の添加元素Mの一種以上(但し、Mとして二種以上の前記添加元素を含む場合は、M含量は当該添加元素のうち最大値を有するものの原子百分比以下)、及び残部Feより成る磁気異方性焼結磁石；

但し、R₁は、Dy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、Ybの内一種以上、R₂はNdとPrの一種以上、又はNdとPrの合計が80%以上で、残りがR₁以外のYを包含する希土類元素の少くとも一種であり、

添加元素Mは下記の通り：

Ti	3%	Zr	3.3%
Hf	3.3%	Cr	4.5%
Mn	5%	Ni	6%
Ta	7%	Ge	3.5%
Sn	1.5%	Sb	1%
Bi	5%	Mo	5.2%
Nb	9%	Al	5%
V	5.5%	W	5%

また、最終製品中には下記の数値以下の代表的な不純物が含有されていてもよい：

Cu	2%	C	2%
P	2%	Ca	4%
Mg	4%	O	2%
Si	5%	S	2%

但し、不純物の合計は5%以下とする。

これらの不純物は原料または製造工程中に混入することが予想されるが、上記限界量以上になると特性が低下する。これらの内、Siはキュリー点を上げ、また耐食性を向上させる効果を有する

が、5%を越えるとiHcが低下する。Ca、MgはR原料中に多く含まれることがあり、またiHcを増す効果も有するが、製品の耐食性を低下させるため多量に含有するのは望ましくない。

上記組成による永久磁石は、最大エネルギー積 (BH) max 20MGOe以上を有したまま、保磁力 iHc 10kOe以上を有する高性能磁石が得られる。

以下に本発明をさらに詳述する。

FeBR系磁石は前述の通り高い (BH) max を有するが、iHcは従来の高性能磁石の代表である $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 型磁石と同等程度 (5~10kOe) であった。

これは強い減磁界を受けたり、温度が上昇することによって減磁されやすいこと、即ち安定性が良くないことを示している。磁石のiHcは一般に温度上昇と共に低下する。例えば前述の 30MGOe級の $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 型磁石やFeBR系磁石では 100℃ではおよそ5kOe程度の値しか保有しない。(表4)

電算機用磁気ディスクアクチュエータや自動車用モータ等では強い減磁界や温度上昇があるため、このようなiHcでは使用できない。高温においても尚一層の安定性を得るためには室温付近でのiHcの値をもっと大きくする必要がある。

また、室温付近においても、磁石の時間経過による劣化(経時変化)や衝撃や接触などの物理的な攪乱に対しても一般的にiHcが高い方が安定であることがよく知られている。

以上のことから、本発明者等はFeBR成分系を中心に更に詳しい検討を行った結果、希土類元素中のDy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、Ybの一種以上と、NdやPrなどの軽希土類元素等を組合せることによって、従来FeBR系磁石では得られなかった高い保磁力を得ることができた。

更に、本発明による成分系では、iHcの増大のみならず、減磁極曲線の角形性の改善、即ち (BH) maxの一層増大の効果をも具備することが判った。

なお本発明者等はFeBR系磁石のiHcを増大させるために様々の検討を行った結果、以下の方法が有効であることを既に知った。即ち、

- (1) R又はBの含有量を多くする。
 - (2) 添加元素Mを加える。(F BRM系磁石) し
- かしながら、R又はBの含有量を増加する方法

は、各々iHcを増大するが、含有量が多くなるにつれてBrが低下し、その結果 (BH) maxの値も低くなる。

また、添加元素Mも、iHc増大の効果を有するが、添加量の増大につれて (BH) maxが低下し飛躍的な改善効果には繋がらない。

本発明の永久磁石においては、重希土類元素 R_1 の含有と、 R_2 としてNd、Pr主体とすることと、さらにR、Bの所定範囲内の組成とに基づき、特に、時効処理を施した場合のiHcの増大が顕著である。即ち、上記特定の組成の合金からなる磁気異方性焼結体に時効処理を施すと、Brの値を損ねることなくiHcを増大させ、さらに減磁曲線の角形性改善の効果もあり、(BH) maxは同様かまたはそれ以上となり、その効果は顕著である。なお、R、Bの範囲と、(Nd+Pr)の量を規定することにより、時効処理前においてもiHc約10kOe以上が達成され、R内における R_1 の所定の含有により時効処理の効果がさらに著しく付加される。

即ち、本発明によれば (BH) max 20MGOe以上を保有したまま、iHc 10kOe以上で示される十分な安定性を兼ね備え、従来の高性能磁石よりも広範な用途に適用し得る高性能磁石を提供する。

(BH) max、iHcの最大値は各々43.2MGOe(後述表2、No22)、20kOe以上(表2、No8、表3、No14、22、23)を示した。(ここで、iHc 20kOe以上とは、通常の電磁石タイプの減磁特性試験器では、測定できなかったためである。)

本発明の永久磁石に用いるRは、 R_1 と R_2 の和より成るが、RとしてYを包含し、Nd、Pr、La、Ce、Tb、Dy、Ho、Er、Eu、Sm、Gd、Pm、Tm、Yb、Luの希土類元素である。そのうち R_1 は、Dy、Tb、Gd、Ho、Er、Tm、Ybの七種のうち少なくとも一種を用い、 R_2 は上記七種以外の希土類元素を示し、特に軽希土類の内NdとPrの合計を80%以上包含するものを用いる。(但しSmは高価であり、iHcを降下させるのでできるだけ少ない方が好ましく、Laは不純物として希土類金属中によく含まれるがやはり少ない方が好ましい。)

これらRは純希土類元素でなくともよく、工業上入手可能な範囲で製造上不可避な不純物(他の希土類元素Ca、Mg、Fe、Ti、C、O等)を含

有するもので差支えない。

B(ホウ素)としては、純ボロン又はフェロボロンを用いることができ、不純物としてAl、Si、C等を含むものも用いることができる。

本発明の永久磁石は、既述のRを R_1 と R_2 の合計として原子百分比で R_1 0.05~5%、 R_2 12.5~20%、B4~20%、残部Feの組成において保磁力 iH_c 約10kOe以上、残留磁束密度Br9kG以上、最大エネルギー積(BH) max20MGOe以上の高保磁力・高エネルギー積を示す。

R_1 0.2~3%、 R_2 13~19%、B5~11%、残部Feの組成は最大エネルギー積(BH) max30MGOe以上を示し、好ましい範囲である。

また、 R_1 としてはDy、Tbが特に望ましい。

Rの量を12.5%以上としたのは、Rがこの量よりも少なくなると本系合金化合物中にFeが析出して保磁力が急激に低下するためである。Rの上限を20%としたのは、20%以上でも保磁力は10kOe以上の大きい値を示すがBrが低下して(BH) max20MGOe以上に必要なBrが得られなくなるからである。

R_1 の量は上述Rに置換することによつて捉えられる。 R_1 量は表2、No 2に示すように僅か0.1%の置換でもHcが増加しており、さらに減磁曲線の角形性も改善され(BH) maxが増加していることが判る。 R_1 量の下限値は iH_c 増加の効果と(BH) max増大の効果とを考慮して0.05%以上とする(第2図参照)。 R_1 量が増加するにつれて、 iH_c は上昇していき(表2、No 2~8)、(BH) maxは0.4%をピークとしてわずかず減少するが、例えば3%の置換でも(BH) maxは30MGOe以上を示している(第2図参照)。

安定性が特に要求される用途には iH_c が高いほど、すなわち R_1 を多く含有する方が有利であるが、しかし R_1 を構成する元素は希土類鉱石中にもわずかしが含まれておらず、大変高価である。従つてその上限は5%とする。B量は、4%以下になると iH_c が10kOe以下になる。またB量の増加もR量の増加と同じく iH_c を増加させるが、Brが低下していく。(BH) max20MGOe以上であるためにはB20%以下が必要である。

添加元素Mは iH_c を増し、減磁曲線の角形性を増す効果があるが、一方その添加量が増すに従い、Brが低下していくため、(BH)

max20MGOe以上を有するにはBr9kG以上が必要であり、添加量の各々の上限は先述の値以下と定められる。2種以上のMを添加する場合のM合計の上限は、実際に添加された当該M元素の各上限値のうち最大値を有するものの値以下となる。例えばTi、Ni、Nbを添加した場合には、Nbの9%以下となる。Mとしては、V、Nb、Ta、Mo、W、Cr、Alが好ましい。

本発明の永久磁石は焼結体として得られ、その平均結晶粒径は、FeBR系において1~80 μ m、FeBRM系において1~90 μ mの範囲にあることが重要である。焼結は900~1200℃の温度で行うことができる。時効処理は焼結後350℃以上当該焼結温度以下、好ましくは450~800℃で行うことができる。焼結に供する合金粉末は0.3~80 μ m(好ましくは1~40 μ m、特に好ましくは2~20 μ m)の平均粒度のものが適当である。これらの焼結条件等については、すでに同一出願人の出願に係る特願昭58-88372号、58-90038号に開示されている。

以下本発明の態様及び効果について実施例に従つて説明する。試料はつぎの工程によつて作成した。

- (1) 合金を高周波溶解し、水冷銅鑄型に鑄造、出発原料はFeとして純度99.9%の電解鉄、Bとしてフェロボロン合金(19.38%B、5.32%Al、0.74%Si、0.03%C、残部Fe)、Rとして純度99.7%以上(不純物は主として他の希土類金属)を使用。
 - (2) 粉碎スタンプミルにより35メツシユスルーまでに粗粉碎し、次いでボールミルにより3時間微粉碎(3~10 μ m)。
 - (3) 磁界(10kOe)中配向・成形(1.5t/cm²にて加圧)。
 - (4) 焼結1000~1200℃1時間Ar中、焼結後放冷。
- 得られた試料を加工研磨後、電磁石型の磁石特性試験によつて磁石特性を調べた。

実施例 1

Rとして、Ndと他の希土類元素とを組合せた合金を作り、上記の工程により磁石化した。結果を表1に示す。希土類元素Rの中でも、No 6~9に示すようにGd、Ho、Er、Yb等、 iH_c 改善に特に顕著な効果を有する元素が存在することが判つた。なお、No*1~*5は比較例を示す。

実施例 2

Nd、Prを中心とした軽希土類元素に、実施例1で挙げた希土類の種類及び含有量をもつと広汎に選り、前述の方法で磁石化した。さらに、一層の*iHc*増大効果を持たせるため、600~700℃×2時間、Ar中において熱処理を施した。結果を表2に示す。

表2、Na*1は希土類としてNdだけを用いた比較例である。Na*18~21も同様に本発明の比較例である。Na2~8はDyをNdに置換していった場合を示す。Dy量の増加に伴ない*iHc*は次第に増大してゆくが(BH)_{max}は0.4%Dyのあたりで最高値を示す(第2図参照)。

第2図(横軸logスケール)によれば、Dyは0.05%から効果を示し始め、0.1%、0.3%と増大に伴い*iHc*への効果を増す。Gd(Na10)、Ho(Na9)、Tb(Na11)、Er(Na12)、Yb(Na13)等も同様の効果を有するが、Dy、Tbは*Hc*増大に効果が特に顕著である。R₁の内、Dy、Tb以外の元素も10kOeを十分に超える*iHc*を有し、高い(BH)_{max}を有する。(BH)_{max}≥30MGOe級で、これほどの高い*iHc*を有する磁石材料はこれまでにない。

第3図に典型的な*iHc*を有する3%Dy(表2、Na8)の減磁曲線を示す。Fe-B-Nd系の例(表2、Na*1)に比べて*iHc*が十分高くなっている様子が判る。

第4図には本発明によつて得られたFe-8B-13.5Nd-1.5Dy(表2、Na7)の20℃及び100℃のB-H減磁曲線を示す。

第1図の30MGOe級希土類コバルト磁石の減磁曲線と比較すると第4図の本発明合金の場合は第2象限においてB-Hカーブは100℃でもほぼ直線のまま推移している。これはB-Hカーブがパーミアンス係数(B/H)=1付近で屈折して

表

Na	組成	<i>iHc</i> (kOe)	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)
*1	Fe-8B-15Nd	7.3	12.1	32.1
*2	Fe-8B-14Nd-2Y	8.8	11.9	31.8
*3	Fe-8B-10.5Nd-4.5Ce	5.7	10.7	22.4
*4	Fe-8B-10.5Nd-4.5Pr	8.9	11.4	26.9

いる第1図の希土類コバルト磁石の例に比べて、20℃においても、100℃においても外部からの減磁界等に対してより安定であることを示す。

さらにこの2種類の磁石の安定性を具体的に比較するため、パーミアンス係数(B/H)が0.5、2、4付近の試料を作成して、着磁後大気中で100℃1時間の条件で暴露テストを行ない、室温に戻して減磁確率を測定した。結果を第5図に示す。

本発明磁石は従来磁石と比較して十分な安定性を有することが示される。

一般に磁石を高温に暴露してその減磁の様子を観る方法は、室温での安定性(経時変化)の加速テストの一方法としても知られており、この結果より、本発明磁石は室温でも十分な安定性を有していることが予想される。

実施例 3

添加元素Mとして、純度99%のTi、Mo、Bi、Mn、Sb、Ni、Ta、Sn、Ge、98%のW、99.9%のAl、95%のHf、またVとして81.2%のVを含むフェロバナジウム、Nbとして67.6%のNbを含むフェロニオブ、Crとして61.9%のCrを含むフェロクロムおよびZrとして75.5%のZrを含むフェロジルコニウムを使用した。

これらを前記と同様の方法で合金化し、さらに500~700℃で時効処理を行なった。結果を表3に示す。なお表中Na*29~31は本発明の比較例である。

FeBR系に添加元素Mを加えたFeBRM系合金についても、本発明は十分に*iHc*増大の効果を持つことが確かめられる(例えば、表3、Na15と29、Na18と30、Na13と31と比較)。なお一部のM(Sb、Sn等)を除き、Mの添加量は凡そ3%以内が好ましくAlは0.1~3%(特に0.2~2%)が好ましい。

1

13

14

No	組成	iHc(kOe)	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)
* 5	Fe-8B-14Nd-1Sm	5.4	12.3	27.0
6	Fe-8B-10.5Nd-4.5Yb	10.4	11.7	27.4
7	Fe-8B-10.5Nd-4.5Er	9.8	10.6	25.8
8	Fe-8B-10.5Nd-4.5Gd	11.4	10.3	25.0
9	Fe-8B-10.5Nd-4.5Ho	14.3	10.1	23.9

*本発明でない合金

表

2

No	組成	iHc(kOe)	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)
* 1	Fe-8B-15Nd	11.4	12.3	34.0
2	Fe-8B-14.9Nd-0.1Dy	11.8	12.4	35.0
3	Fe-8B-14.8Nd-0.2Dy	12.0	12.6	36.2
4	Fe-8B-14.6Nd-0.4Dy	12.8	12.7	38.0
5	Fe-8B-14.2Nd-0.8Dy	16.1	12.0	34.2
6	Fe-8B-13.8Nd-1.2Dy	18.0	11.5	31.3
7	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy	18.6	11.7	31.5
8	Fe-8B-12Nd-3Dy	>20	11.4	30.3
9	Fe-8B-13.5Nd-1.5Ho	13.8	11.95	33.8
10	Fe-8B-13.5Nd-1.5Gd	13.8	11.75	32.1
11	Fe-8B-13.5Nd-1.5Tb	18.3	11.3	33.2
12	Fe-8B-13.5Nd-1.5Er	12.8	11.5	31.0
13	Fe-8B-13.5Nd-1.5Yb	13.1	12.3	35.0
14	Fe-6B-6Nd-7Pr-1.5Dy	16.3	11.2	25.2
15	Fe-10B-13Pr-1.5Dy	17.6	10.9	26.1
16	Fe-10B-10Nd-3Ce-2Dy	11.8	10.2	24.3
17	Fe-10B-11Nd-2La-1Dy-1Gd	12.2	10.7	25.5
*18	Fe-3.5B-15Nd-3Dy	5.6	9.2	18.5
*19	Fe-10B-9.5Nd-2Dy	<5	<5	<5
*20	Fe-10B-30Nd-1.5Dy	13.0	<5	<5
*21	Fe-30B-15Nd-2Dy	12.2	<5	<5
22	Fe-7B-14.25Nd-0.25Dy	11.4	13.4	43.2
23	Fe-7B-14Nd-0.5Dy	13.2	13.1	41.4

15

16

No	組成	iHc(kOe)	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)
24	Fe-7B-13.75Nd-0.25Dy	12.4	13.2	41.8
25	Fe-7B-13.5Nd-0.5Dy	12.0	13.3	42.0
26	Fe-7B-0.5Ce-13.5Nd-0.5Dy	11.6	13.1	41.1
27	Fe-7B-1Pr-13.5Nd-0.25Dy	11.8	13.2	40.8

表

3

No	組成	iHc(kOe)	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)
1	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy	18.6	11.7	31.6
2	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Ti	17.2	11.8	32.1
3	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Zr	13.9	11.6	31.8
4	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Hf	13.0	11.9	30.0
5	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Cr	17.8	11.2	29.5
6	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Mn	17.6	11.1	28.6
7	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Ni	12.4	11.3	30.0
8	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Ta	18.6	11.6	31.4
9	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Ge	15.6	11.3	29.7
10	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Sn	12.8	10.7	26.7
11	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Sb	17.3	9.6	21.5
12	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Bi	12.8	11.6	31.2
13	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Mo	17.6	11.5	30.7
14	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Nb	>20	11.8	32.3
15	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1Al	19.4	11.6	31.4
16	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1V	18.7	11.5	31.0
17	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1W	19.0	11.4	30.6
18	Fe-8B-12.5Nd-1.5Dy-1Nb	17.4	11.9	33.0
19	Fe-7B-13.5Nd-0.4Dy-1Nb	12.8	12.8	38.4
20	Fe-7B-12.5Nd-1.5Dy-1Nb	16.9	12.3	35.4
21	Fe-8B-11.5Nd-1.5Dy-1Nb	16.3	12.2	34.8
22	Fe-7B-13.5Nd-1.5Dy-1Al	>20	11.2	30.2
23	Fe-7B-14.5Nd-1.5Dy-1Nb	>20	11.3	30.8
24	Fe-7B-13.5Nd-1.5Dy-1V	17.9	11.65	32.4
25	Fe-8B-13.5Nd-1.5Dy-1W	18.8	11.45	31.4

No	組成	iHc(kOe)	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)
26	Fe-7B-16, 2Nd-0.8Dy-1Nb	17.2	11.0	28.6
27	Fe-8B-13, 5Nd-1.5Dy-1Si**	13.6	11.5	30.8
28	Fe-8B-13, 5Nd-1.5Dy-1S**	14.0	12.1	34.2
*29	Fe-8B-15Nd-1Al	11.8	11.7	31.2
*30	Fe-8B-15Nd-1Nb	12.2	11.9	32.7
*31	Fe-8B-15Nd-1Mo	12.0	11.9	33.8

注：**はM以外の元素

表

4

	室温(22℃)		100℃	
	iHc(kOe)	(BH) _{max} (MGOe)	iHc(kOe)	(BH) _{max} (MGOe)
RCo(2-17型)磁石	6.2	29.3	5.2	26.4
Fe-8B-15Nd	11.4	34.0	5.6	26.8
Fe-8B-13, 5Nd-1.5Dy	18.6	31.5	9.8	27.0

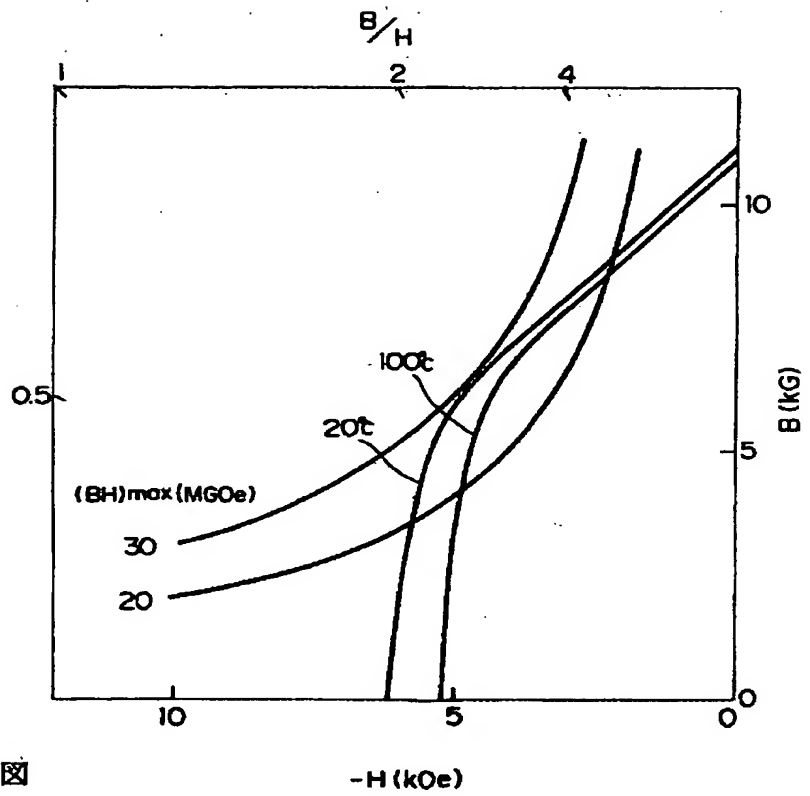
以上、本発明はCoを必須としないFeベースの安価な合金で高残留磁化、高保磁力、高エネルギーを有する磁気異方性焼結体永久磁石を実現したもので、工業的にきわめて高い価値をもつものである。さらにRとしては工業上入手し易い希土類元素たるNd、Pr等を主体として用いることができる点で本発明は極めて有用である。

図面の簡単な説明

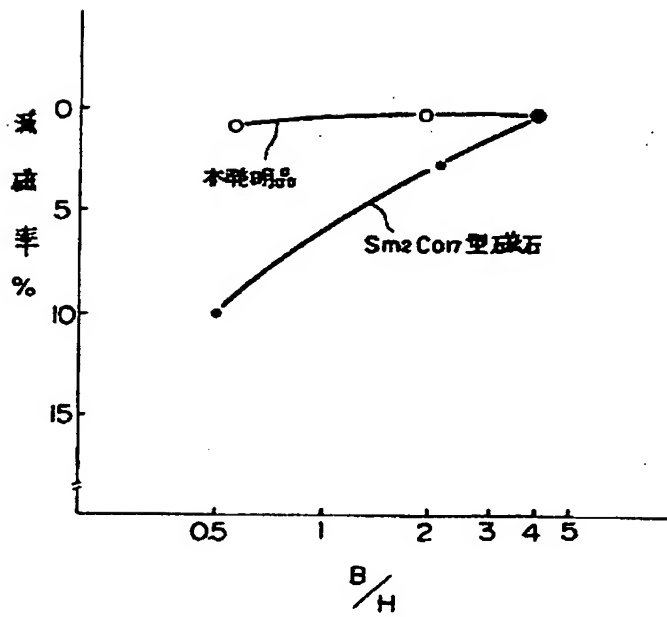
第1図は、R-Co磁石のB-H減磁曲線(20℃、100℃)をパーミアンス係数B/Hと共に示すグラフ、第2図は、本発明の一実施例において

DyでNdを置換した場合のiHc(kOe)及び(BH)_{max}(MGOe)の変化を示すグラフ(横軸logスケール、xはDyの原子%)、第3図は、本発明磁石の減磁曲線を示すグラフ、第4図は、本発明磁石のB-H減磁曲線(20℃、100℃)をパーミアンス係数B/Hと共に示すグラフ、第5図は、本発明磁石とSm₂とCo₁₇型磁石を大気中100℃×1hr暴露後、室温に戻した時の減磁率を示すグラフ(横軸パーミアンス係数B/H、logスケール)、を夫々示す。

第1図



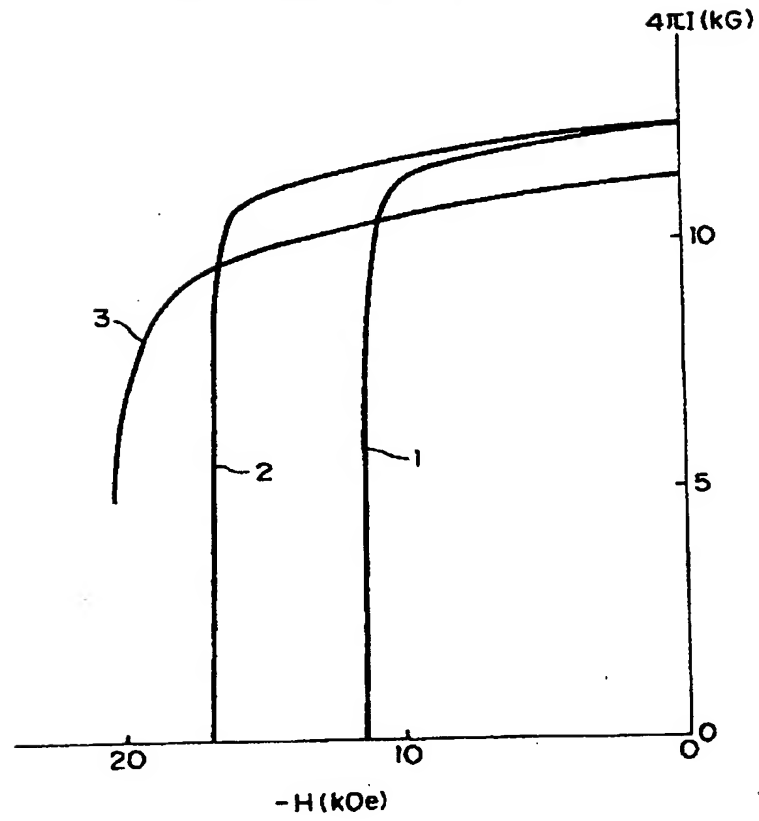
第5図



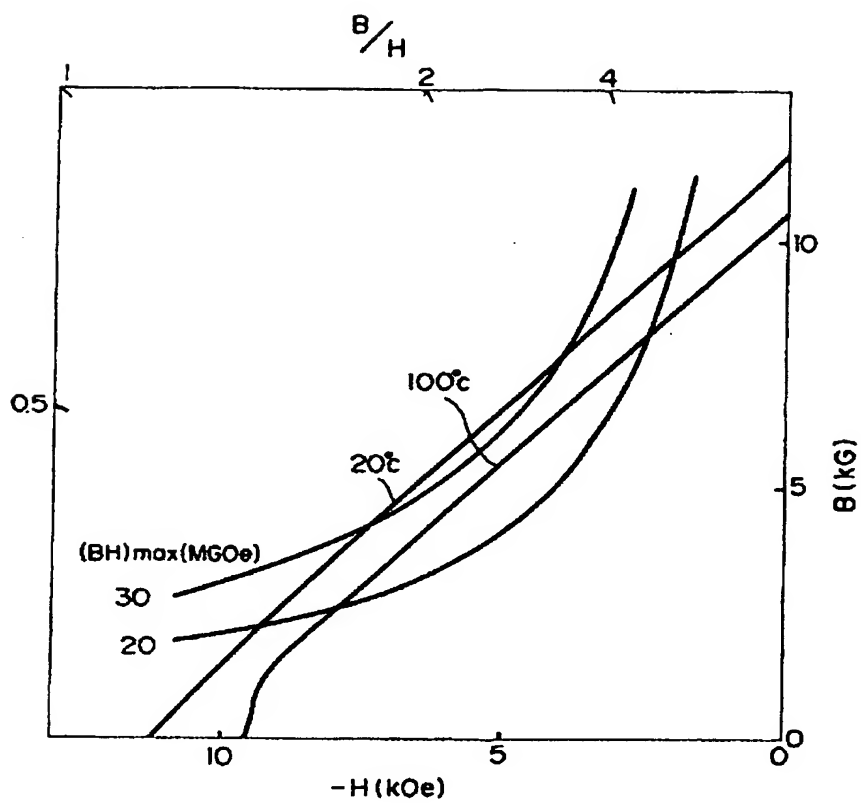
100°C x 1hr 大気中暴露後、室温に戻した時の減磁率

第3図

1. Fe-8B-15Nd (表2, No. 1)
 2. Fe-7B-12.5Nd-1.5Dy-1Nb (表3, No. 20)
 3. Fe-8B-12Nd-3Dy (表2, No. 8)

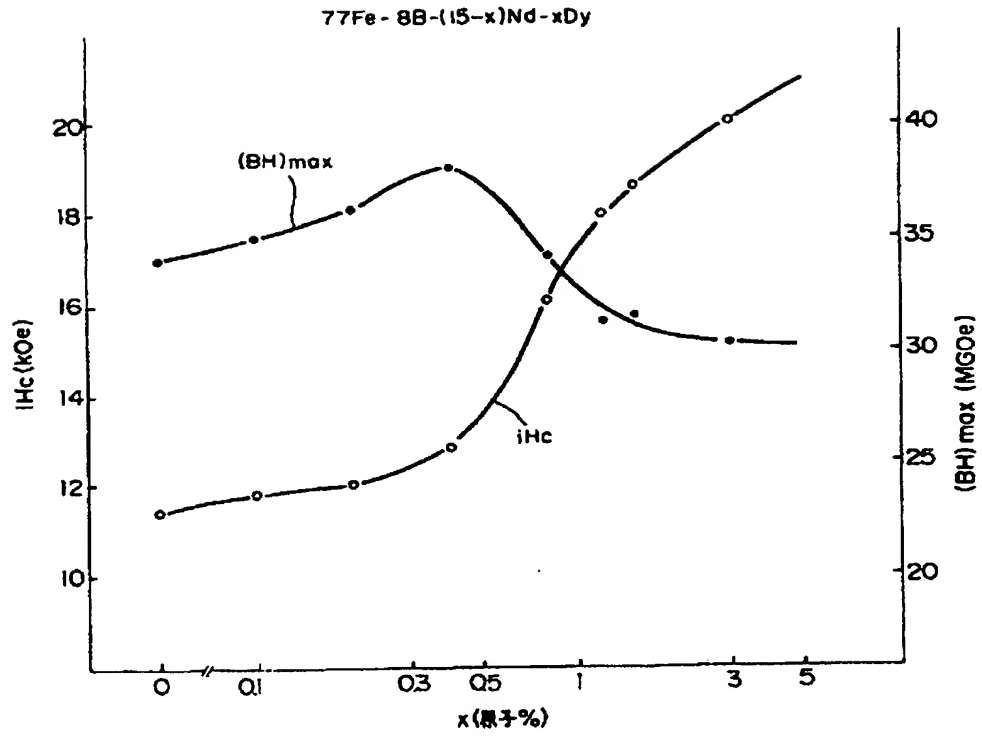


第 4 図



Fe-8B-13.5Nd-15Dy 合金
B-H 特性曲線 (20°C, 100°C)

第 2 図



平成 5. 5. 26 発行

(平成 5 年 5 月 26 日発行)

第 7 部門(2)

正 誤 表

特 告 番 号	許 号	分 類	識別記号	個 所	誤	正
平 5 - 10806		H01 F	1 / 053	出願人住所	大阪府大阪市東区北 浜 5 丁目 2 2 番地	大阪府大阪市中央区 北浜 4 丁目 1 7 番 1 9 号
平 5 - 10807		H01 F	1 / 053	出願人住所	大阪府大阪市東区北 浜 5 丁目 2 2 番地	大阪府大阪市中央区 北浜 4 丁目 1 7 番 1 9 号
平 5 - 19312		H01 L	27 / 092	出願人名称 (目次とも) 一人目	新技術開発事業団	新技術事業団

平成 5.11.30 発行

(平成 5 年 11 月 30 日発行)

第 7 部門(2)

正 誤 表

特 許 公 告 番 号	分 類	識別記号	個 所	誤	正
平 4 - 64168	H01F	27/32	第 1 欄 4 行 第 3 欄 1 2 行 第 2 頁 第 1 表中全 て 第 4 欄 2 6 行 第 4 欄 2 8 行 第 5 欄 3 行 第 5 欄 6 行 第 5 欄 8 行 第 5 欄 1 9 行	cm cm cm cm cm cm cm cm cm cm	cm cm cm cm cm cm cm cm cm cm
平 5 - 10806	H01F	1/053	出願人住所	大阪府大阪市東区北 浜 5 丁目 2 2 番地	大阪府大阪市中央区 北浜 4 丁目 7 番 1 9 号
平 5 - 10807	H01F	1/053	出願人住所	大阪府大阪市東区北 浜 5 丁目 2 2 番地	大阪府大阪市中央区 北浜 4 丁目 7 番 1 9 号
平 5 - 18274	H01L	31/04	第 1 欄 5 行 第 1 欄 1 9 行	光電光変換 電極 1 の電極	光電変換 第 1 の電極
平 5 - 26333	H01L	21/31	出願人 (目次とも)	東京エレクトロン相 模株式会社 神奈川県津久井郡城 山町町屋 1 丁目 2 番 4 1 号	東京エレクトロン東 北株式会社 岩手県江刺市岩谷堂 字松長根 5 2 番地
平 5 - 52646	H01F	1/08	発明者 (4 人目)	松野裕	松浦裕